DIALOG(R)File 352:Derwent WPI

(c) 2004 Thomson Derwent. All rts. reserv.

014337484 \*\*Image available\*\* WPI Acc No: 2002-158187/200221

XRAM Acc No: C02-049468 XRPX Acc No: N02-120581

Thin film manufacture for fine structure objects, involves subjecting substrate under rapid pressure reduction environment while applying the solution for forming thin film

Patent Assignee: SEIKO EPSON CORP (SHIH )
Number of Countries: 001 Number of Patents: 001

Patent Family:

Patent No Kind Date Applicat No Kind Date Week

JP 2001276726 A 20011009 JP 200099931 A 20000331 200221 B

Priority Applications (No Type Date): JP 200099931 A 20000331

Patent Details:

Patent No Kind Lan Pg Main IPC Filing Notes

JP 2001276726 A 4 B05D-007/00

Abstract (Basic): JP 2001276726 A

NOVELTY - The substrate (2) is maintained under rapid pressure reduction environment while applying the solution for forming thin film. DETAILED DESCRIPTION - The solution is sprayed as micro droplets by ink discharge method. INDEPENDENT CLAIMS are also included for the following:

- (a) Manufacture of fine structure object;
- (b) Fine structure object

USE - For manufacture of thin film for fine structure objects (claimed) for electronic device and color liquid crystal display device.

ADVANTAGE - A film of uniform thickness and composition, is offered.

DESCRIPTION OF DRAWING(S) - The figure shows perspective diagram of electroluminescent display device. (Drawing includes non-English language text).

Substrate (2)

pp; 4 DwgNo 1/1

Title Terms: THIN; FILM; MANUFACTURE; FINE; STRUCTURE; OBJECT; SUBJECT; SUBSTRATE; RAPID; PRESSURE; REDUCE; ENVIRONMENT; APPLY; SOLUTION;

FORMING; THIN; FILM

Derwent Class: G05; L03; P42; U14; V04; X26 International Patent Class (Main): B05D-007/00

International Patent Class (Additional): B05D-003/12; H05B-033/10;

H05B-033/12; H05B-033/14; H05K-003/10

File Segment: CPI; EPI; EngPI

DIALOG(R)File 347:JAPIO

(c) 2004 JPO & JAPIO. All rts. reserv.

07049092

METHOD FOR MANUFACTURING MEMBRANE AND FINE STRUCTURE, AND FINE STRUCTURE

PUB. NO.:

2001-276726 [JP 2001276726 A]

PUBLISHED:

October 09, 2001 (20011009)

INVENTOR(s): MORII KATSUYUKI APPLICANT(s): SEIKO EPSON CORP

APPL. NO.:

2000-099931 [JP 200099931]

FILED:

March 31, 2000 (20000331)

INTL CLASS: B05D-007/00; B05D-003/12; H05B-033/10; H05B-033/12;

H05B-033/14; H05K-003/10

# **ABSTRACT**

PROBLEM TO BE SOLVED: To provide a method for manufacturing a membrane uniform in thickness and composition on a substrate without relying on a combination of a solute and a solvent.

SOLUTION: In the method for forming the membrane such as a transparent electrode film or the like on the substrate, when a solution for forming the membrane is adapted to the substrate to be formed into the membrane, the substrate is placed under rapid pressure reducing environment.

# (19)日本国特許庁(JP)

# (12)公開特許公報 (A)

# (11)特許出願公開番号 特開2001-276726

(P2001-276726A) (43)公開日 平成13年10月9日(2001.10.9)

(51) Int. Cl. 7	識別記号	F I 7-7J-1 (参考
B05D 7/00		B05D 7/00 A 3K007
3/12		3/12 A 4D075
H05B 33/10		H05B 33/10 5E343
33/12		33/12 B
33/14		33/14 A
	審査請求	未請求 請求項の数7 OL (全4頁) 最終頁に続く
(21)出願番号	特顧2000-99931(P2000-99931)	(71)出願人 000002369
		セイコーエプソン株式会社
(22) 出願日	平成12年3月31日(2000.3.31)	東京都新宿区西新宿2丁目4番1号
		(72)発明者 森井 克行
		長野県諏訪市大和3丁目3番5号 セイコ
		ーエプソン株式会社内
		(74)代理人 100079108
		弁理士 稲葉 良幸 (外2名)
		Fターム(参考) 3K007 AB04 AB18 BA06 CA01 CB01
		DAO1 DBO3 EBOO FA01
		4D075 AC01 BB56Z BB93Z DC21
		5E343 AA02 AA11 AA26 BB23 BB25
		BB72 BB75 DD12 DD17 DD20
		DD69 FF05 GG06 GG08

(54) 【発明の名称】 薄膜及び微細構造体の製造方法、並びに微細構造体

### (57)【要約】

【目的】 溶質、溶媒の組合せによらず基板上に膜厚、 組成が均一な薄膜を製造する方法を提供する。

【構成】 本発明は、基板に透明電極膜等の薄膜を形成する方法において、薄膜を形成するための溶液を基板に適用してこの溶液を膜化する際に、基板を急速な減圧環境下に置くことを特徴とする。

【特許請求の範囲】

【請求項1】 基板に薄膜を形成する方法において、前 記薄膜を形成するための溶液を該基板に適用しこの溶液 を膜化する際に、前記基板を急速な減圧環境下に置くこ とを特徴とする薄膜の製造方法。

1

【請求項2】 前記溶液がインク吐出方法によって基板 に吐出された微小液滴である請求項1記載の方法。

【請求項3】 室温から加熱することなく前記基板を減 圧下に置く請求項1又は2記載の方法。

下に減圧しない請求項1乃至4記載の何れか1項記載の 方法。

【請求項5】 減圧後基板を徐々に昇温させて当該溶液 の膜化を行う請求項1乃至5記載の何れか1項記載の方 法。

【請求項6】 基板に薄膜が形成されてなる微細構造体 の製造方法において、前記薄膜が請求項1乃至5の何れ か1項記載の方法によって製造されてなる微細構造体の 製造方法。

【請求項7】 基板に薄膜が形成されてなる微細構造体 20 において、前記薄膜は、この薄膜を形成するための溶液 をこの基板に適用し該溶液を膜化する際に、前記基板が 急速な減圧環境下に置かれたことによって形成されてな る微細構造体。

# 【発明の詳細な説明】

[0001]

【発明の属する技術分野】本発明は、基板に薄膜を形成 することを内容とする薄膜製造方法、基板に薄膜を備え た微細構造体の製造方法、さらにその微細構造体に関す るものであり、特に、電子デバイス、表示用デバイス 等、基板に薄膜、更にそのパターンが形成されてなる微 細構造体に関するものである。

[0002]

【従来の技術】従来、薄膜のパターニングの方法とし て、フォトリソグラフィによる方法及びインク吐出装置 を利用した方法が存在する。前者の方法は、工程が複雑 であるのに対して、後者の方法は簡単で低コストである ため最近注目を集めている。

【0003】後者の方法を利用して製造される微細構造 体の一例として、有機EL(エレクトロルミネッセス (以下有機ELと記す))表示装置が存在する。有機E し表示装置に係わる微細構造体を製造するには、有機蛍 光材料などの発光材料を溶媒とともにインクにし、この インクをインク吐出装置から基板に発光パターンに合わ せて吐出することが行われている。有機EL表示装置 は、画素毎に陽極と陰極との間に上記有機発光材料が配 置された構造を備えている。詳しくは、先ず、蛍光材料 を適当な溶媒に溶解してインクを得る。このインク組成 物をEL表示装置の陽極としての透明電極付き基材上の 透明電極を覆うように吐出する。次いで、インクに対す 50

る溶剤を乾燥除去して発光材料層を形成した後、この発 光材料層上に、仕事関数の小さなカルシウム、マグネシ ウム等の金属を蒸着やスパッタなどの方法で堆積させて 陰極を形成する。こうすることにより陽極と陰極との間 に既述の発光材料の層を設けることができる。

【0004】インクジェット吐出方式では、インクの溶 媒として例えばメタノール、水等がある。発光材料とし て低分子系の機能材料、あるいは高分子系の機能材料が 用いられるが、発光材料によっては溶媒に充分に溶解し 【請求項4】 前記溶液の溶媒のその時点での蒸気圧以 10 ないものがある。したがって、溶媒が乾燥したり発光材 料が析出したりするなどしてインク吐出のヘッドに目詰 まりが発生したり均質な発光材料の膜が得られないなど の問題がある。このため、インク吐出時にインクを加熱 したり基板を加熱したりすることが提案されている。 [0005]

> 【発明が解決しようとする課題】しかしながら、基板を 加熱する場合と、基板に吐出されたインク組成物の粘度 が低下するために、より均一な膜厚を達成するための方 法が要求される。特に、インク吐出方式によって基板に 適用された微小液滴においては、その膜化の制御に優れ た技術を用いることが望まれる。

【0006】そこで、本発明は、溶質、溶媒の組合せに よらず基板上に膜厚、組成が均一な薄膜を製造する方法 を提供することを目的とする。本発明の他の目的は、上 記薄膜が基板に形成されてなる微細構造体の製造方法を 提供することである。本発明の更に他の目的は、上記の 薄膜が基板に形成されてなる微細構造体を提供すること である。

[0007]

【課題を解決するための手段】本発明は、この目的を達 成するために、基板に薄膜を形成する方法において、前 記薄膜を形成するための溶液を該基板に適用しこの溶液 を膜化する際に、前記基板を急速な減圧環境下に置くこ とを特徴とする。

【0008】本発明では、基板を実質的には加熱するこ となく溶媒を除去し薄膜を形成するための溶液の粘度を 変化させずに材料を膜にしようとするもので、温度のパ ラメータを変化させず基板がおかれている圧力を変化さ せて機能性薄膜の成膜を実施するものである。この膜厚 40 の均一さを確保するために、非平衡の状態である急激な 圧力変化による瞬時の溶解除去を成膜に用いたのであ る。本発明において急激な減圧状態とは、このような圧 力変化を実現し得る環境をいう。

【0009】本発明の実施形態においては、前記溶液が インク吐出方法によって基板に吐出された微小液滴であ る場合に、減圧によって得られる膜厚の均一化の効果は より顕著である。そのまま、室温から加熱することなく 前記基板を減圧下に置くが、室温において溶液の溶媒の 蒸気圧以下に減圧しない。特に減圧によって前記溶液の 凍結が生じた場合には基板を徐々に昇温させて当該溶液 の膜化を行うことが好ましい。

【0010】本発明は、前記目的を達成するために、ま た、基板に薄膜が形成されてなる微細構造体の製造方法 において、前記薄膜を基板に形成するための溶液を眩基 板に適用しこの溶液を膜化する際に、前記基板を急速な 減圧環境下に置くことを特徴とする。

【0011】本発明は、さらに、基板に薄膜が形成され てなる微細構造体において、前記薄膜のは、この薄膜を 形成するための溶液を該基板に適用しこの溶液を膜化す る際に、前記基板が急速な減圧環境下に置かれたことに 10 よって形成されてなる微細構造体であることを特徴とす る。

【0012】本発明に係わる薄膜の製造方法は、基板上 に微小量の溶液を供給する方法に広く適用され、例え ば、前述したEL表示装置における発光層の形成その他 電子デバイスの薄膜の形成、さらには、表示装置の金属 薄膜に適用できる。

【0013】本発明の微細構造体とは、基板上に薄膜、 特にそのパターンが形成されているものをいい、たとえ らに詳しくは、表示デパイスにおける既述の有機EL層 が形成された基板、カラー液晶表示装置のカラーフィル タ、半導体デバイスなど金属配線パターンが形成された 基板をいう。薄膜の膜厚が均一化すれば、表示デバイス の場合、例えば、EL表示装置は、画素内で均一な発光 特性を発揮することができる。また、半導体等の電子デ バイスである場合には薄膜は均一な電気特性を発揮す る。

【0014】本発明の薄膜には、有機EL表示装置や電 含まれる。薄層、機能性薄層、機能性皮膜、機能膜等異 なった用語によって特定されたものでも、本発明の「薄 膜」に包含される。

#### [0015]

【発明の実施の形態】以下に本発明の実施形態を図面を 用いて説明する。具体的には、本発明の薄膜の形成方法 を有機EL表示装置の発光層の形成に適用する場合につ いて示す。図1は、本発明が適用される有機EL表示装 置の斜視図である。ガラス基板2上に陽極としてのIT 〇電極3が形成されている。また、ブラックマトリクス が複数の矩形状の土手(パンク)4のパターンとなって いる。このパンクの間の開口に赤、青、緑の有機蛍光材 料がインクジェットプリンタヘッド1から供給される。

【0016】 ITO 電極はドット状のパターンで形成さ れており、各々独立して薄膜トランジスタ(TFT案 子) に接続された画素を形成して駆動される。各画素の 境界には、各画素を区分けするための前記パンクが形成 されている。インクジェット記録ヘッドから吐出された 有機EL材(インク組成物)5は、パンクによって仕切 られたITO電極上に供給されこれに付着する。

【0017】先ず、インク組成物として、下記の発光材 料を溶媒に対して配合する。発光材料及び溶媒の組成に ついては、発光色に応じて適宜選択するが、溶質として は、例えばフルオレン系高分子、高分子PPVを用い、 溶媒としてドデシルベンゼン、シクロヘキシルベンゼ ン、1、2、3、4-テトラメチルペンゼンテトラリ ン、ジエチルベンゼン、メシチレンなどを用いることが できる。溶質の濃度は、例えば、0.1~2.0wt% である。

【0018】次いで、インクジェットプリンタを用い て、ITOのドットパターンにインク組成物を吐出す る。次いで、室温状態で、図1のEL発光素子を減圧装 置にいれて次の条件で減圧する。また、インクジェット プリンタ使用時の条件例は次のとおりである。

【0019】吐出時の基板温度を、10~25℃とし、 湿度を20%以下に保持するのが好ましく、1ドットあ たりの吐出量を、20plとする。

【0020】次いで、ITOのドットパターンに置かれ たインク組成物の微小液滴を膜化するために、基板を室 ば各種電子素子・電子デバイス等で使用される基板、さ 20 温の下急速な減圧環境におく。ここで、「室温」とは、 一般的に、10~25℃である。

> 【0021】減圧環境は、既述の薄膜形成用溶液に用い られる溶媒のその時点における蒸気圧よりも高い圧力環 境としている。実沸が起こらず薄膜を均一な膜厚にする 上で好適であるからである。減圧な圧力は溶媒により異 なるが、蒸気圧の1.5倍程度の圧力とするのが好まし い。また、この圧力で、基板を0.5~5分間保持して 溶媒を除去させ製膜する。

【0022】所定圧までの到達時間は、20秒以下であ 子デパイスなどでの各種機能を実現し得る機能性薄膜が 30 ることが好ましく、10秒以下の到達時間で減圧するの がさらに好ましい。

> 【0023】基板を、減圧環境下に置くには、例えば、 薄膜形成用溶液が塗工された基板を、密閉可能なチャン バーに入れてチャンバー内を減圧する、ことによる。減 圧により溶媒の凍結が生じた場合には、融点近傍におい て昇温速度1乃至5℃/minで徐々に昇温することによ り、凍結状態を解消する。以上の工程を経て厚みの均一 な薄膜(発光層)を得る事ができる。薄膜の厚みがほぼ 均一であるとは、薄膜の断面形状において凹状ではない 40 平坦であり、部位によって厚みにばらつきがない状態を 意味し、最も厚みの厚い部位と最も厚みの薄い部位との 差が10パーセントの範囲に収まることが好ましい。 尚、このようにインク組成物がパンクにより区画された 領域内に供給されて膜化した後、更に上層にマグネシウ ムやアルミニウム等の金属からなる陰極が形成され有機 EL表示装置が完成される。

> 【0024】薄膜の好適な膜厚は、用途により異なるが 上述の発光層ならば0. 1 μm程度であり、配線ならば 1μm程度である。なお、半導体装置の金属配線を形成 50 する場合は、例えば、溶質として金、銀等の金属を、溶

質の濃度が1~30wt%となるように含有するコロイ ド溶液をインク組成物として用いる。このコロイド溶液 は、前記金属とクエン酸、ポリ(nビニル-2-ピロリ ドン) 等の高分子保護剤を水に混合・分散させている。 インクジェットプリンタ装置を用いて該インクを吐出 し、上記方法通り減圧下で製膜する。その後、光を照射 することにより高分子保護剤除去し導通を得る。

#### [0025]

【実施例】以下、実施例を参照して本発明を更に具体的 に説明するが、本発明はこれらに制限されるものではな 10 ℃)で、常圧から50torr(6650Pa)まで、2秒

【0026】〔実施例1〕図1に示す基板に対して、次 の工程により溶液を適用して発光層を形成し、有機EL 表示装置を作製した。溶質としてポリフルオレンを用 い、溶媒としてドデシルベンゼンを用い、溶質の濃度が 1wt%である高分子溶液を、インクジェットプリンタ ヘッドによりバンクにより区画されたITOの画素パタ ーンに吐出し適用した。EL表示素子を得た。次いで、 溶液が適用された基板をチャンパー内に入れて、室温 (20 $\mathbb C$ )で、常圧から10 $^{-2}$  torr(1.3 $\mathbb P$ a)ま 20 パイスや半導体デバイスにおける、既述の有機 $\mathbb E$ L層、 で、5秒間で減圧することにより、厚さ1000Åのポ リフルオレン薄膜発光層を形成したEL表示素子を得 た。

【0027】インクジェット法は、商品名「MJ930 C」のヘッドを使用し、高分子溶液の吐出条件を吐出量 20plとして行った。

【0028】この薄膜の膜厚の変動をレーザー顕微鏡に よる測定によって確認したところ厚い部位と薄い斑の差 が5%以下であり均一であった。尚、厚い部位と薄い部 位の差の比率は、

{(厚い部位の厚みー薄い部位の厚み)/薄い部位の厚 み}×100(%) である。

【0029】又、アルミニウムからなる陰極を形成し、 各画素を発光したところ、画素内で均一の緑色発光が得 られ、膜が均一に形成されていることがわかった。

【0030】 〔実施例2〕溶質として銀を含有し、溶質 の濃度が30wt%であるコロイド溶液を、インクジェ ット法により基板の配線パターン(巾1 µm)に合わせ て叶出・適用した。

【0031】次いで、機能性被膜形成のための溶液が適 用された基板を、チャンパー内に入れて、室温(20 間で減圧することにより、薄膜としての幅20μm、厚 さ1 µmの銀被膜により形成された微細構造体を得た。 インクジェットの条件は、既述の実施例1と同様にし た。得られた薄膜の膜厚変動をレーザー顕微鏡で評価し たところ厚い部位と薄い部位の差が10%であり均一で あった。その後光照射することにより均一な電気特性を 得た。

#### [0032]

【発明の効果】以上説明したように、本発明は、表示デ カラー液晶表示装置のカラーフィルタ、金属配線パター ンなどの薄膜の膜厚や組成を均一にできる薄膜の製造方 法、この薄膜を備えた微細構造体の製造方法、およびこ れによって得られた微細構造体を提供する。

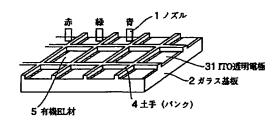
#### 【図面の簡単な説明】

【図1】図1は、本発明が適用されるEL表示装置の一 例の斜視図である。

#### 【符号の説明】

- 1 ヘッド
- 30 2 ガラス基板
  - 3 ITO透明電極
  - 4 土手 (バンク)
  - 5 有機EL材

[図1]



フロントページの続き

(51) Int. Cl. 7

識別記号

FΙ

テーマコード(参考)

H 0 5 K 3/10

H 0 5 K 3/10

D